

16 E 433  
(30 B 4)

特許庁  
特許公報  
特許出願公告  
昭32-2220

公告 昭 32.4.11 出願 昭 29.11.30 特願 昭 29-26015

発明者 杉本典夫 大津市膳所殿町331  
同 大城進 京都市左京区聖護院山王町28田原方  
出願人 田辺製薬株式会社 大阪市東区道修町3の21  
代理人 弁理士 赤岡迪夫

(全2頁)

N-メチル-9-カルボアルコキシデカヒドロイソキノリンの製法

発明の詳細なる説明

本発明はN-メチル-9-カルボアルコキシデカヒドロイソキノリンの製法に関する。

この化合物は本発明によりN-メチル-9-カルボアルコキシデカヒドロイソキノロン-(6)-エチレンジチオカプトールをラネー=ツケルと加熱して製造することが出来る。原料のメチルカブトール化合物は次の2工程によつて製造し得る。

第1工程はN-メチル-9-カルボアルコキシ-△<sup>5-10</sup>-オクタヒドロイソキノロン-(6)を選択的に二重結合を飽和せしめN-メチル-9-カルボアルコキシデカヒドロイソキノロン-(6)とする。

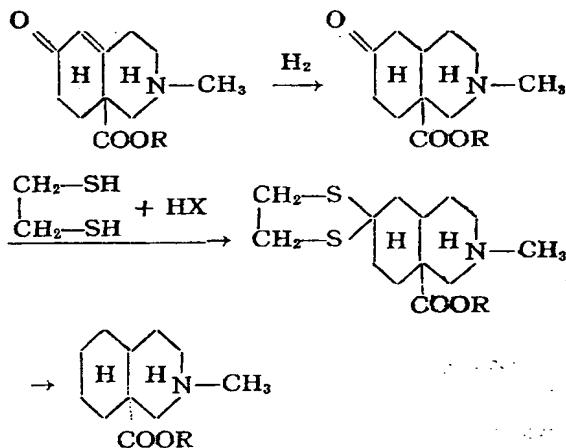
この選択的還元を行うには触媒としてパラジウム炭を使用するのが良く、ニツケル、又は白金の如き触媒では6位のケトン結合に変化を与える。

第2工程は前記生成物を溶媒に溶解し、エチレンチオグリコールと塩酸を反応せしめてN-メチル-9-カルボアルコキシデカヒドロイソキノロン-(6)-エチレンジチオカプトールとする。即ち前記デカヒドロイソキノロン誘導体をエチレンチオグリコールを以てメルカブトール化するのである。塩酸の代りに他の鉱酸類を使用しても良い。

本発明はこのメルカブトールをラネー=ツケルを以て処理し脱硫還元してN-メチル-9-カルボアルコキシデカヒドロイソキノリンを得るものである。

ラネー=ツケルは新たに製したW-7-ラネー=ツケル(J. A. C. S, 1954, 1013, J. C. S, 1953 2984参照)がよい。脱硫はこのラネー=ツケルと混和して溶媒中で加熱すればよろしい。

以上の反応を化学式を以て説明すれば次の如くである。



上式に於いてRは低級アルキル、Xは鉱酸の陰イオンを示す。

本発明により得られるN-メチル-9-カルボアルコキシデカヒドロイソキノリンは鎮痛作用を有する化合物として価値あるものである。

実施例

N-メチル-9-カルボエトキシ-△<sup>5-10</sup>-デカヒドロイソキノロン-(6) 1.0gを無水エタノールに溶解し、5%のパラジウム炭を使用して常圧下に水素を吸収させる。水素吸収後触媒を濾別し、濾液より溶媒を溜去した残渣を減圧蒸溜により精製するとbp 8 mmHg 151~153°Cの微黄色油状物のN-メチル-9-カルボエトキシデカヒドロイソキノロン-(6)を定量的に得る。本品のビクロロナートは融点184~186°Cの黄板状晶(エタノール+ジオキサン)である。

次にこのデカヒドロイソキノロン誘導体0.8g

とエチレンチオグリコール1.0gを無水ジオキサン25ccに溶解し冷却して0℃以下に於いて乾燥塩酸ガスを導入する。塩酸ガスが飽和すれば室温にて一夜放置する。翌日なるべく低温にてジオキサンを去り、残渣を水に溶解し、炭酸アルカリにて中和し、エーテルにて抽出する。抽出液を炭酸カリにて乾燥しエーテルを溜去すると硫黄化合物特有の臭気ある微黄色油状のN-メチル-9-カルボエトキシ-デカヒドロイソキノリン(6)-エチレンジチオケタール1.2gが得られる。

本品は窒素及び硫黄の定性試験に陽性を示す。最後に前記メルカプトール1.2gを60ccの無水エタノールに溶解し、新製のW-7-ラネーニツケル12.0gを加えて水浴上にて10時間煮沸還流せし

める。冷後ニツケルを濾別し、エタノールを溜去し、残渣をその低減圧蒸溜するとbp 4 mmHg 98～102℃の無色無臭油状のN-メチル-9-カルボエトキシ-デカヒドロイソキノリン0.5gを得る。

本品の塩酸塩はアセトン、エーテルの混液より再結晶し融点182～183℃を示す無色針状晶、ピクラートは融点116～118℃の黄色柱状晶(エタノール)である。

#### 特許請求の範囲

N-メチル-9-カルボアルコキシ-デカヒドロイソキノリン(6)-エチレンジチオケタールをラネーニツケルと加熱することを特徴とするN-メチル-9-カルボアルコキシ-デカヒドロイソキノリンの製法。